



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94118401.3

[51]Int.Cl⁶

C23C 16/00

[43]公开日 1996年5月29日

[22]申请日 94.11.12

[71]申请人 冯安文

地址 510180广东省广州市人民中路白沙巷23号二楼

[72]发明人 冯安文 沈名媛 刘志心

[74]专利代理机构 广东专利事务所

代理人 何本谦

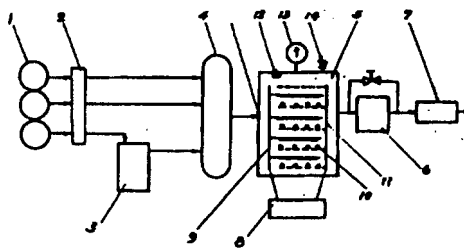
C23C 14/32

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图页数 2 页

[54]发明名称 气相离子镀膜方法与其装置

[57]摘要

本发明提供一种气相离子镀膜方法及其装置。该方法是在低真空度和一定温度的状态下,通过高压电场作用,将气态物质电离,形成等离子体,并在电场作用下使单质等离子体,经反应的化合物镀于工件表面。该方法所使用的设备主要有气源柜、气体流量控制器、储液及液体雾化装置、真空室、真空泵和电控柜组成。在真空室内设有工件架、电热元件和电网。该发明具有工艺与设备简单、操作方便、成本低、镀膜均匀和牢固以及应用范围广等优点。



(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1、一种气相离子镀膜方法，其特征是将工件静置于真空室内，将工件加热至 $200-600^{\circ}\text{C}$ ，并恒定在指定温度，往真空室内输入所需要的气体、汽化物质，并使真空室内保持 $100-1\text{Pa}$ 的真空度，与此同时，在真空室内的电极和工件之间输入 $300-1200\text{V}$ 的直流电压，使气体、汽化物质电离成等离子体，在电场力的作用下使单质的等离子体，经化学反应后形成的反应生成物沉积于工件表面而形成各种所需要的镀膜层。

2、一种气相离子镀膜装置，其特征是由气源柜(1)、气体流量控制器(2)、储液及液体雾化装置(3)、真空室(5)、真空泵(7)和电控柜(8)组成。气源柜(1)通过气体流量控制器(2)与真空室(5)连接，其中气源柜(1)中的氩气源通过气体流量控制器(2)与储液及液体雾化装置(3)连接后再与真空室(5)连接，在真空室(5)内装有分层交替相间设置的工件架(9)、电热元件(10)和电极网(11)，电极网(11)和工件架(9)与电控柜(8)的高压直流发生器连接，在真空室(5)的上部装有温控器(12)、真空表(13)和放气阀(14)。

3、根据权利要求1所述的镀膜方法，其特征在于使用氩气作为载流气体使参与反应的卤化物汽化。

4、根据权利要求2所述的镀膜装置，其特征在于在真空室(5)进气口(5a)的前端还增设一个气体混合器(4)。

5、根据权利要求2所述的镀膜装置，其特征在于在真空室(5)和真空泵(7)之间的管道上还并接上一个废气净化器(6)。

6、根据权利要求2所述的镀膜装置，其特征在于工件架(9)与直流高压发生器的负高压连接。

说明书

气相离子镀膜方法及其装置

本发明属于一种改进的镀膜方法及装置，特别是一种气相镀膜方法及其设备，适合于金属产品、镀膜。

在现有技术中，金属表面镀膜的方法主要有三种：其一是液体电镀，缺点是严重污染环境，易氧化变色、不耐用；其二是溅射镀、多弧度氯化钛和碳化钛，该方法是利用电子或离子轰击置于真空室内的钛靶，使钛溅射到工件表面形成膜层，但不足的是工件要作自转和公转运动，工艺复杂、效率低、成本高、膜层不均匀，难以在体积较大、形状复杂的工件上镀膜，而且镀层颜色单一、色泽亦不够鲜明；其三是化学气相镀膜法，其原理是利用气态物质在固体表面进行化学反应，生成固态化合物膜层的方法，该方法的缺陷是需要较高的反应温度，很容易使工件产生变形，而且加热装置复杂、耗能大，难以在生产中推广应用。

本发明的目的在于克服已有各种金属镀膜方法之不足，提供一种工艺较为简单、操作方便、对工件形状适应性好、镀层牢固、颜色多样而鲜明的气相离子镀膜方法及其装置。

本发明的任务是这样实现的：

将待镀的工件悬置于真空室内，将工件加热至 $200-600^{\circ}\text{C}$ ，并恒定在指定的温度，往真空室内输入所需要的气体、汽化物质，并使真空室内保持 $100\text{Pa}-1\text{Pa}$ 的真空度，与此同时，在真空室内的电极与工件之间输入 $300-1200\text{V}$ 的直流高压，使气体、汽化物质电离成等离子体，在电场力的作用下使单质的等离子体、经化学反应后形成的化合物、络合物沉积于工件表面而形成各种所需要的镀膜层。

说明书

本发明的工作原理是：在低真空度和一定温度范围的状态下，通过高压电场的作用，将气态物质激发电离，使之形成等离子体，并在电场力作用下让单质离子镀（沉积）于工件上形成膜层。这是由于气体成为等离子体的同时，在真空室内产生大量的电子、离子、亚稳态原子、高温态电子和各种高能粒子及自由基团，这些粒子和基团有极强的化学活泼性，可进行常温或低温状态下无法进行的化学反应和络合反应。因此，只要将所需要的参与反应的气体、汽化物质输入真空室内通过电离激发成等离子体，经过化学反应和络合反应后形成金属、非金属的反应生成物，在电场力作用下镀（沉积）到工件表面形成所需要的不同功能和物理性能的薄膜。

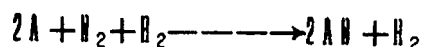
本发明的工件加热温度随工件的材质、所要求镀膜层的物理化学性质的不同而不同，一般以 $200-600^{\circ}\text{C}$ 为合适，温度太低，化学反应缓慢，甚至不起化学反应；温度太高，化学反应过速，工艺上难以控制，同时会产生不希望的反应，影响膜层颜色的纯度。

本发明要求一定真空度的目的在于使气体、汽化物质容易电离。真空度高时，气体过于稀薄，沉积就少，而真空度太低，分子密度增大，电子自由程短、速度低，所产生的离子亦少。本工艺方法所要求的真空度以 $100\text{Pa}-1\text{Pa}$ 为合适。本工艺所选用的气体物质、汽化物质主要有氮、氢、氩、乙炔、甲烷等碳氢化合物和金属卤化物。氮的作用在于形成各种金属氮化膜层。氢的作用是参与反应。碳氢化合物的作用是形成各种碳化物膜层。卤化物的作用在于输入含金属的物质，以便经反应后形成各种金属氮化物膜层或硫化物膜层。加入氩惰性气体的目的在于以氩作为载流气体使卤化物雾化输入真空室。至于要加入那些气体物质和汽化物质主要根据所要求的镀膜的物理和化学性能

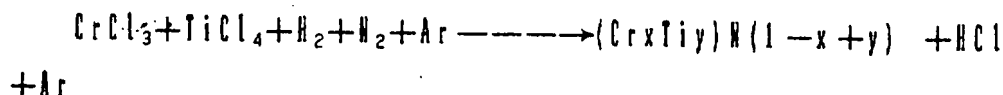
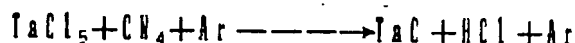
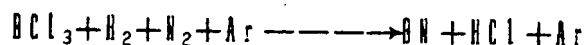
说 明 书

来选择。例如

1、只输入氮、氢气体，使之与预置的金属工件(以A表示)起氮化反应，在工件上便可形成金属或非金属的氮化膜层，其反应如下：



2、同时输入汽化的卤化物以及氮、氢或乙炔、甲烷等一些碳氢化合物气体，在等离子态下生成金属氮化物、碳化物或硼化物，沉积于工件表面形成不同的镀膜层。例如



其中： $x > 0, y > 0$ 而且 $x + y < 1$

本工艺方法是采用如下装置来进行的：

如图1所示，该装置由气源柜(1)、气体流量控制器(2)、储液及液体雾化装置(3)、真空室(5)、真空泵(7)和电控柜(8)组成，气源柜(1)通过气体流量控制器(2)与真空泵(5)连接，其中气源柜(1)中的氮气源通过气体流量控制器(2)与液及液体雾化装置(3)连接再与真空室(5)连接，在真空室(5)内装有分层交替相间设置的工件架(9)、电热元件(10)和电极网(11)，工件架(9)和电极网(11)与电控柜(8)的高压直流发生器连接，在真空室(5)上部装有温控器(12)、真空表(13)及放气阀(14)。

本装置是这样工作的：将待镀的工件或已镀衬底的工件置于真空室(5)内的工件架(9)上，关闭真空室(5)，启动真空泵(7)使真空室(5)的真空度达 10^{-1} — 10^{-2} g，同时接通电热元件(10)加热工件到予置的温度并保温一段时间，然后往真空室(5)输入参与反应的气态物质，并

说明书

调节好其流量和保持真空室(5)内的所要求的真空度,若需要输入卤化物,将卤化物等液态物质置于储液流及液体雾化装置(3)内,通入氩气使其雾化后输入真空室(5)内。接着在真空室(5)的工件架(9)和电极网(11)之间加直流电压,使气体电离成等离子体,并维持等离子体的稳定,直至镀膜层达到要求为止就关机,取出工件。

图1为本发明所用装置的工作原理图。

图2为真空室(5)内部结构的俯视示意图。

图3为储液及液体雾化装置的剖视图。

在实施本装置时,真空室(5)内的工件架(9),电热元件(10)和电极网(11)可以横置或竖置,但最好竖置,工件架(9)可造成可移动式的,以便放置工件。电热元件(10)最好用远红外加热管,以提高热效率。为了节省空间,电热元件(10)可利用电极网(11)作支承置于电极网(11)上,使工件架(9)、电热元件(10)和电极网(11)之间的距离缩短,提高热效率和提高镀膜速度。为了提高等离子体的沉积速度,工件架(9)最好与高压直流发生器的负高压连接。为了减少残余气体对环境的污染,最好在真空室(5)与真空泵(7)之间的管道上并接一个废气净化器(6)。在真空室(5)的上部还设置一个放气阀(14),以便在开门时向真空室(5)放入大气。本装置中的储液及液体雾化装置(3)可采用常用的雾化器,亦可以采用如图3所示的结构。该装置由一个罐体(3a)和一根从罐体(3a)插至罐体(3a)下部的进气管(3b)以及设置于罐体(3a)上方的出气口(3c)构成,在罐体(3a)内装有参与反应的液体(3d)使用时,氩气从进气管(3b)进入罐体(3a)内通过液体(3d)层夹带着参与反应的液体(3d)经出气口(3c)进入真空室(5)内。在储液及液体雾化装置(3)的外面最好还设置一个内装有电热元件(3e)和温控器的水箱(3f),以

说明书

便使一些常温常压下为固体的低落点反应物质加热成液体。为了便于各种参与反应的气相物质的混合，在真空室(5)的进气口(5a)的前端最好增设一个气体混合器(4)，该气体混合器(4)为一个体积比较大的空腔容器，设有进气口和出气口，进气口与各反应气体输入管连接，出气口与真空室(5)连接。在真空室(5)的外壳上还设有一隔热保温层(15)，以防止热量散失，提高热效率。

本发明与现有技术相比，具有如下优点：

1、由于本发明淘汰了电子枪，取消固体的靶电极、靶电源，工件不需要自转和公转，因而所用装置结构简单、操作方便、成本低。

2、由于采用气相原料，反应物的弥散性好，不受工件的形状和尺寸影响，镀膜层的厚度和色泽均匀，可对尺寸较大和形状复杂的工件进行镀膜。

3、由于本发明是采用电离放电和电场吸附的方法进行镀膜，其镀膜与基体的结合力比现有镀膜方法牢固，化学稳定性好，不易变色和退色。

4、本发明的气相原料很容易更换，可随时根据需要镀出各种不同物理化学性能和不同颜色的膜层，因此其应用范围十分广泛。

以下举出几个实施例(真空室的容积为1.1米³)：

1、在铁基工件表面镀TiN，其工艺过程是：

a、将工件置于工件架(9)上，移进真空室(5)内。

b、启动真空泵(7)，使真空室(5)的真空度达 10^{-4} Pa。

c、接通电热元件(10)，使工件表面温度达500°C左右。

d、在储液及液体雾化装置(3)中加入TiCl₄。

e、开启气体流量控制器(2)，调节各气体的流量：N₂(3.5升/小时)，

说 明 书

H_2 (8升/小时), Ar (6升/小时), 并维持真空度达 $10Pa$ 。

f、接通高压电源, 使其输出电压达 $1000V$, 维持30分钟。

g、关机, 取出工件。

2、在镍片上镀 NiW , 其工艺过程是:

a、将工件置于真空室(5)内。

b、将真空室(5)抽至 $10^{-4}Pa$ 的真空度。

c、加热工件至 $300^{\circ}C$ 。

d、输入 H_2 (10升/小时)和 H_2 (6升/小时), 并保持真空室(5)真空度 $20Pa$ 。

e、往电极(11)和工件(9)之间输入 $600V$ 直流电压, 维持35分钟。

f、关机取出工件。

3、在铸铜工件表面镀 $(TiNiCr)W$ 。其工艺过程是:

a、将工件抛光后通过液体电镀在其表面镀镍铬将工件封闭。

b、将工件置于真空室(5)内, 并将真空室(5)抽至 $10^{-4}Pa$ 的真空度。

c、将工件加热至 $420^{\circ}C$ 。

d、在液及液体雾化装置(3)中注入 $TiCl_4$ 。

e、通入 H_2 (3升/小时)、 H_2 (7升/小时)、 Ar (10升/小时), 并保持真空度为 $10-20Pa$ 。

f、接通高压电源, 使其输出 $800V$ 的电压, 并维持40分钟。

g、关机取出工件。

4、在铜基、铁基工件表面镀 $(NiAg)W$ 。其工艺过程是:

a、将工件抛光、除油、酸化及预镀铜镍。

b、将工件置于真空室(5)内, 将真空室(5)抽至 $10^{-4}Pa$ 的真空度。

说明书

c、加热工件至 480°C 。

d、输入 H_2 (4升/小时)、 H_2 (6升/小时)、 Ar (1升/小时)，并维持室内真空度 10Pa 。

e、接通高压电源输入 600V 的直流高压，维持30分钟。

f、关机取出工件。

本发明及其装置适合于在金属产品上镀各种装饰性的防锈膜、仿金膜等。

说明书附图

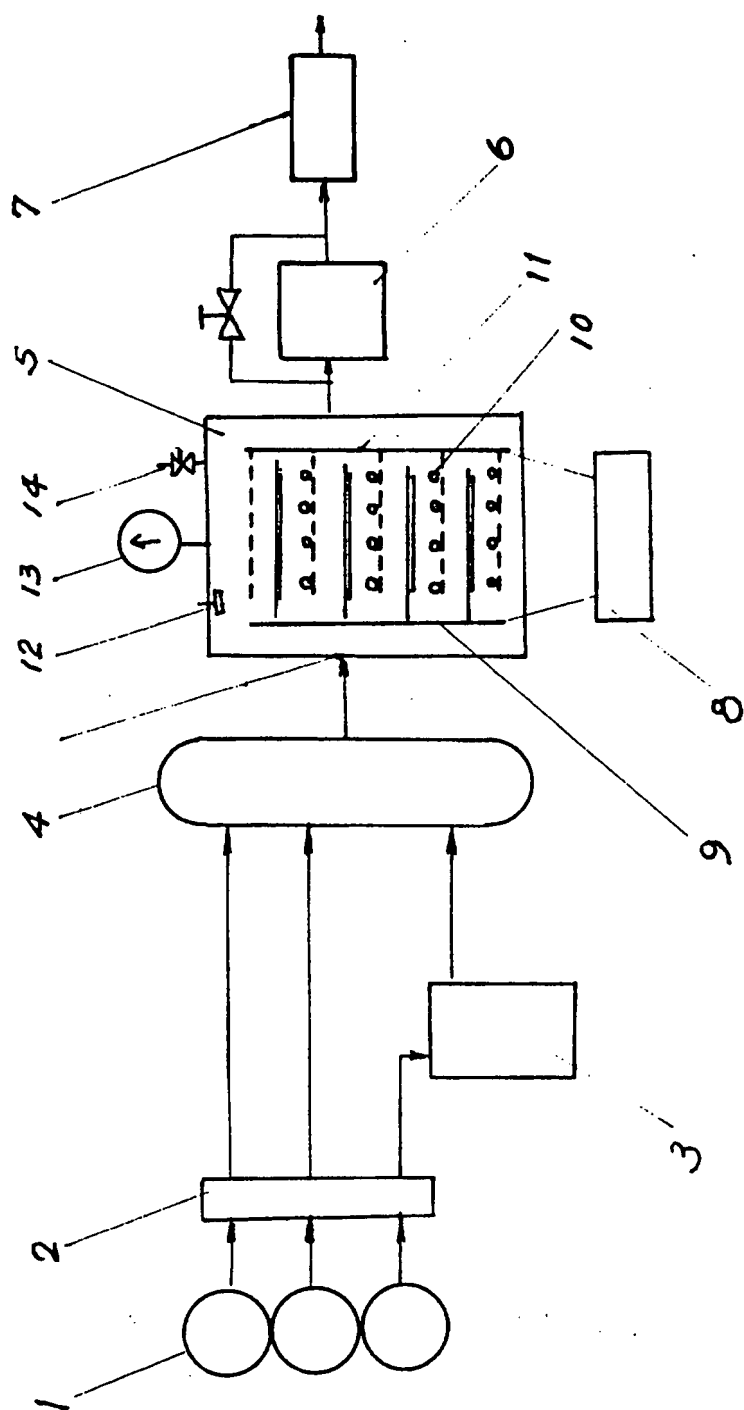


图 1

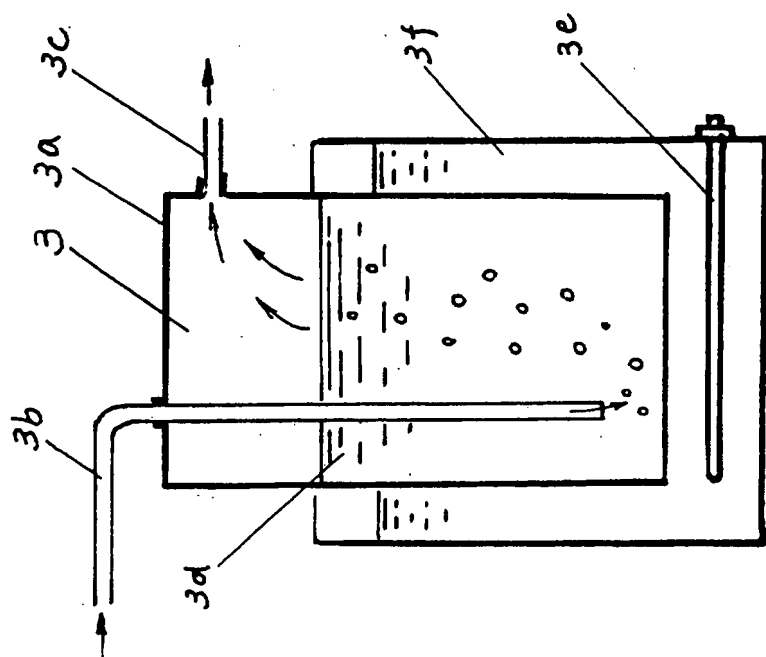


图3

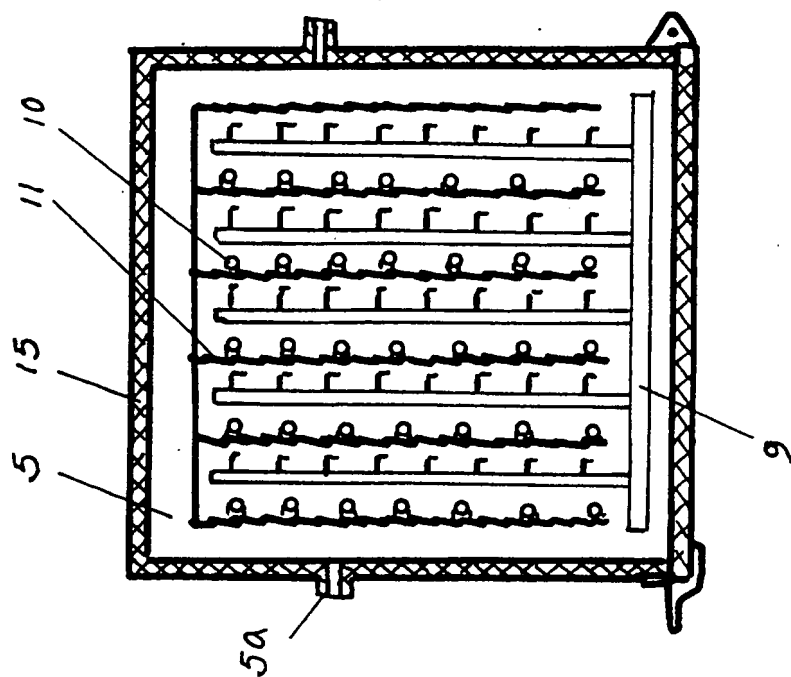


图2

Title: Gaseous ion film-plating method and device thereof			
Application Number:	94118401	Application Date:	1994.11.12
Publication Number:	1123341	Publication Date:	1996.05.29
Approval Pub. Date:		Granted Pub. Date:	
International Classification:	C23C14/32,C23C16/00		
Applicant(s) Name:	Feng Anwen		
Address:	510180		
Inventor(s) Name:	Feng Anwen, Shen Mingtang		
Attorney & Agent:	HE BENQIAN		
Abstract			
<p>The method uses the action of high-voltage electric field to make the gaseous material ionize and form plasma under the conditions of low vacuum and a certain temp. and make the elementary plasma plate on the surface of workpiece through the reacted compound under the action of electric field. Said ion-plating equipment mainly is composed of gas source cabinet, gas flow controller, liquid storing and atomizing device, vacuum pump, vacuum chamber and electric control box. ADVANTAGE-. is simple in technological process and equipment, easy to operate; its cost is low, and the coated film is uniform and firm.</p>			



Copyright © 2007 SIPO. All Rights Reserved